

WO0209839

Publication Title:

Regulation of a wash column in a melt crystallization process

Abstract:

The present invention relates to the use of an optical line detector for regulating the position of the wash front and/or of the build-up front of the crystal bed of a wash column in a melt crystallization process and a corresponding regulation method. The line detector, for example a CCD camera or a linear array of reflection probes, is arranged in such a way that optical properties of the crystal bed can be detected continuously in a region running parallel to the longitudinal axis of the wash column, this region covering the desired setpoint position of the wash front or of the build-up front.

Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
7. Februar 2002 (07.02.2002)

PCT

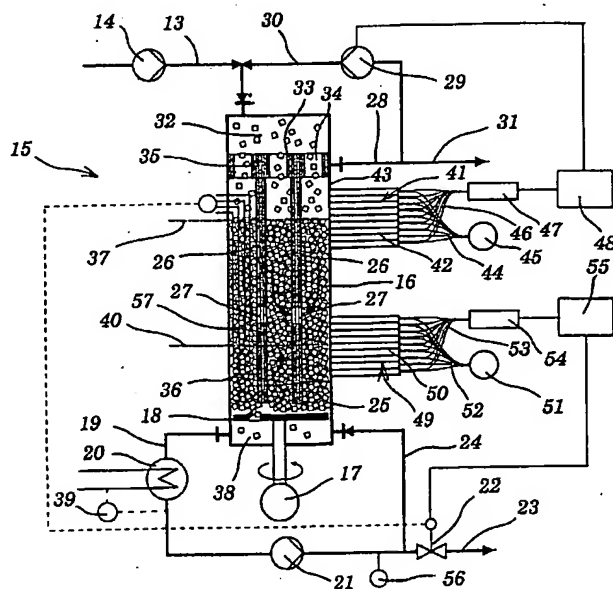
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/09839 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B01D 9/00**, (72) Erfinder; und
G01N 21/51 (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): **HEILEK, Jörg**
[DE/DE]; Im Schlag 17, 69245 Bammental (DE). **ECK,**
Bernd [DE/DE]; Stahlstr. 11, 68519 Viernheim (DE).
BAUMANN, Dieter [DE/DE]; Goethestr. 5, 69190 Wall-
dorf (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/08712
- (22) Internationales Anmeldedatum:
27. Juli 2001 (27.07.2001)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
100 36 880.8 28. Juli 2000 (28.07.2000) DE
- (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US*): **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).
- (74) Anwälte: **KINZEBACH, Werner** usw.; Ludwigsplatz 4,
67059 Ludwigshafen (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (*national*): BR, US.
- (84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE, TR).
- Veröffentlicht:
— mit internationalem Recherchenbericht

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: REGULATION OF A WASH COLUMN IN A MELT CRISTALLISATION PROCESS

(54) Bezeichnung: REGELUNG EINER WASCHKOLONNE IN EINEM SCHMELZKRISTALLISATIONSPROZESS



(57) Abstract: The invention relates to the use of an optical line detector for regulating the position of the wash front and/or the structural front pertaining to the crystal bed of a wash column during a melt cristallisation process, as well as a corresponding method for regulation. The line detector, for example a CCD camera or a linear array of luminance probes, is arranged in such a way that optical properties of the crystal bed can be continuously detected in a region running parallel to the longitudinal axis of the wash column. Said region covers the desired nominal position of the wash front or the structural front.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 02/09839 A1



— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung eines optischen Zeilendetektors zur Regelung der Lage der Waschfront und/oder der Aufbaufront des Kristallbetts einer Washkolonne bei einem Schmelzkristallisationsprozess und ein entsprechendes Regelverfahren. Der Zeilendetektor, beispielsweise eine CCD-Kamera oder ein lineares Array von Remissionssonden, ist so angeordnet, dass optische Eigenschaften des Kristallbettes in einem parallel zur Längsachse der Washkolonne verlaufenden Bereich kontinuierlich erfasst werden können, wobei dieser Bereich die gewünschte Sollposition der Lage der Waschfront bzw. der Lage der Aufbaufront überdeckt.

REGELUNG EINER WASCHKOLONNE IN EINEM SCHMELZKRISTALLISATIONSPROZESS

5 Die vorliegende Erfindung betrifft die Regelung einer Waschkolonne in einem Schmelzkristallisationsprozess, insbesondere die Verwendung eines optischen Zeilendetektors bei einer solchen Regelung, sowie ein entsprechendes Regelverfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung des Regelverfahrens.

10

An die Reinheit von in der chemischen Industrie hergestellten Produkten werden immer höhere Anforderungen gestellt. Dies gilt nicht nur für die sogenannten Feinchemikalien oder für Pharmazeutika, sondern in zunehmendem Maße auch für Massenprodukte, insbesondere für Substanzen, die als Ausgangsmaterialien in der Polymerindustrie verwendet werden, wie beispielsweise Acrylsäure, Caprolactam, Naphthalin oder Phenol. Reinheitsanforderungen von über 99,99 Gew.% sind für derartige Substanzen nicht ungewöhnlich, da nur hochreine Ausgangsmaterialien eine präzise Kontrolle der Kettenlängenverteilung der Polymere erlauben, die wiederum maßgeblich für die spezifischen Eigenschaften der Polymere ist.

Bei der Synthese einer chemischen Verbindung fällt die gewünschte Substanz jedoch üblicherweise nicht als Reinprodukt an, sondern ist Teil eines Verbindungsgemisches, das neben der gewünschten Substanz Verunreinigungen wie Lösungsmittel, Ausgangsverbindungen, Nebenprodukte oder unerwünschte Isomere enthält. Zur Trennung der gewünschten Substanz von den Verunreinigungen werden im industriellen Maßstab häufig destillative Trennverfahren eingesetzt, die jedoch mit einem hohen Energieaufwand verbunden sind.

Handelt es sich bei der gewünschten Substanz um eine kristallisierbare Verbindung, die nach dem Syntheseprozess in einem flüssigen Verbindungsgemisch vorliegt, so bietet sich die Schmelzkristallisation als ein mögliches Verfahren zur Reinigung der gewünschten Substanz, d.h. zum Abtrennen der Substanz aus dem flüssigen Verbindungsgemisch an. Dabei wird die gewünschte Verbindung als Feststoff aus der Flüssigkeit auskristallisiert, anschließend der kristalline Feststoff von der restlichen Flüssigkeit, die als Mutterlauge bezeichnet wird, getrennt und wieder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird dann als gereinigtes Wertprodukt abgeführt. Übliche Verfahren des Standes der Technik sind die statische und dynamische Schichtkristallisation, bei der die zu isolierende Verbindung an feststehenden, gekühlten Flächen abgeschieden wird,

45

oder die Suspensionskristallisation, die auf dem Wachstum von Kristallen in einer Suspension beruht. Die Suspensionskristallisation weist dabei gegenüber der Schichtkristallisation den Vorteil auf, daß sie in einem kontinuierlichen Prozeß durchgeführt werden kann. Außerdem ist die Reinheit der Kristalle aufgrund ihrer vergleichsweise langsamen Wachstumsgeschwindigkeit sehr hoch. Trotz der langsameren Wachstumsgeschwindigkeit kann mit der Suspensionskristallisation ein hoher Produktdurchsatz erzielt werden, da die Kristallisation in der Lösung mit einer großen für das Wachstum zur Verfügung stehenden Gesamtfläche verbunden ist.

Die Suspensionskristallisation stellt daher ein sehr wirksames und kostengünstiges Verfahren dar, um eine hohe Reinheit der gewünschten Verbindung zu erzielen. Dabei macht man sich zunutze, daß beim Wachstum der Kristalle in einer Flüssigkeit Verunreinigungen weitgehend aus dem Kristallgitter verdrängt werden und in der Mutterlauge zurückbleiben. Bereits in einem einstufigen Kristallisationsprozeß erhält man daher hochreine Kristalle der gewünschten Verbindung.

20

Der entscheidende Schritt, der die Reinheit des Endproduktes maßgeblich beeinflußt, ist die Abtrennung der hochreinen Kristalle von ihrer Mutterlauge, die die Verunreinigungen und die nicht kristallisierten Anteile des ursprünglichen Gemisches enthält, durch einen Fest/Flüssig-Trennprozeß. Dieser Trennprozeß kann mehrstufig ablaufen, wobei zumindest in der letzten Stufe üblicherweise eine sogenannte Waschkolonne verwendet wird. Die Waschkolonne hat die Aufgabe, die anfallende reine Kristallphase möglichst vollständig von der Mutterlauge zu trennen. Dazu wird die in einem Kristallisator erzeugte Kristallsuspension in die Waschkolonne eingeleitet und durch Mutterlaugenentzug ein dichteres Kristallbett erzeugt. Eine Waschflüssigkeit, beispielsweise eine Schmelze aus den aufgeschmolzenen Kristallen selbst, wird im Gegenstrom durch das Kristallbett geleitet.

35

Zur Ausbildung eines kompakten Kristallbetts werden unterschiedliche Methoden eingesetzt. Bei gravitativ arbeitenden Waschkolonnen wird die Kristallsuspension von oben in die Kolonne eingeführt und das Kristallbett bildet sich in einem Sedimentationsprozeß aus. Bei derartigen Kolonnen besteht jedoch die Gefahr, dass sich im Laufe des Sedimentationsprozesses vertikale Kanäle ausbilden, in denen eine Rückvermischung der Mutterlauge oder der Kristallsuspension mit der Waschflüssigkeit auftritt. Daher sind gravitativ arbeitende Waschkolonnen auf einem Teil ihrer Höhe meist mit einem Rührwerk versehen, das die Ausbildung von verti-

40

45

kalen Flüssigkeitskanälen im Kristallbett verhindert.

Derartige Rührwerke sind bei hydraulischen oder mechanischen Waschkolonnen nicht erforderlich. Bei hydraulischen Waschkolonnen
5 wird die Suspension vielmehr unter Druck in eine druckdicht ausgebildete Waschkolonne gefördert. Der Förderdruck selbst sorgt dann für eine Kompaktierung der Kristalle zu einem dichten Festbett. Bei einer mechanischen Waschkolonne wird der Druck zur Ausbildung eines dichten Kristallbetts beispielsweise durch einen
10 mechanischen, semipermeablen Stempel erzeugt, der für Mutterlauge durchlässig, aber für die Kristalle in der zugeführten Suspension undurchlässig ist. Die Verdichtung zu einem Kristallbett kann aber auch durch Abtrennung der Mutterlauge über Filter und mechanischen Transport der Kristalle vom Filter zum Kristallbett durch
15 ein rotierendes Fördererelement erfolgen.

Das Kristallbett weist eine sog. Aufbaufront auf, an der sich kontinuierlich Kristalle der eingeleiteten Kristallsuspension anlagern. Die Aufbaufront bezeichnet also den Übergang von der Suspension zum Kristallbett und ist durch einen relativ abrupten Anstieg des Kristallgehalts in der Suspension gekennzeichnet. Bei hydraulischen Waschkolonnen wird diese Aufbaufront auch als Filtrationsfront bezeichnet.

25

An dem der Aufbaufront gegenüber liegenden Ende des Kristallbettes ist meist eine Art Rotormesser oder Schaber angeordnet, der kontinuierlich Kristalle vom dichten Kristallbett abträgt. Durch die kontinuierliche Anlagerung von Kristallen an der Aufbaufront
30 einerseits und das kontinuierliche Abtragen von Kristallen an dem der Aufbaufront gegenüber liegenden Ende des Kristallbetts andererseits, wird eine Transportrichtung des Kristallbettes definiert. Die vom Kristallbett abgetragenen Kristalle werden in einem Wärmeübertrager aufgeschmolzen. Ein Teil der Schmelze wird
35 als Reinproduktstrom abgeführt und ein anderer Teil der Schmelze als Waschflüssigkeitsstrom gegen die Transportrichtung der Kristalle durch das Kristallbett geleitet.

40 Durch die Förderung der Schmelze entgegen dem Kristallbett erfolgt eine Gegenstromwäsche der Kristalle. Die Reinigung der Kristalle beruht dabei im Wesentlichen auf einer Verdrängung und Verdünnung der Mutterlauge in den Zwickeln des Kristallbettes durch die Waschflüssigkeit. Der Verdünnungseffekt beruht hierbei
45 auf Vermischung in den durchströmten Zwickeln zwischen den Kristallen und auf Diffusion in den nicht durchströmten Kontaktstellen bzw. der oberflächennahen Strömungsgrenzschicht der Kristalle. Im stationären Betrieb stellt sich auf einer definierten

- Höhe des Kristallbetts eine sog. Waschfront ein, die als derjenige Ort in der Waschkolonne definiert ist, wo die höchsten Temperatur- und Konzentrationsgradienten auftreten. Auf Höhe der Waschfront findet nämlich in der die Kristalle umgebenden Flüssigkeit ein Konzentrationsübergang von Mutterlaugenkonzentration (oberhalb der Waschfront) zu Reinschmelzekonzentration (unterhalb der Waschfront) statt. Die Waschfront muß zur Erzielung einer adäquaten Reinigungswirkung in einer bestimmten Mindesthöhe oberhalb des Schabers positioniert sein. Da die Kristallisationstemperatur in der verunreinigten Suspension unterhalb des Reinproduktschmelzpunktes liegt, kommt es im Bereich der Waschfront außerdem zu einem Temperatúrausgleich der kalten Kristalle mit der reinen Waschflüssigkeit, bei dem die Waschflüssigkeit teilweise oder vollständig rekristallisiert. Dadurch kann zumindest ein Teil der Waschflüssigkeit zurückgewonnen werden. Diese Rekristallisation der Waschflüssigkeit ist besonders wirksam, wenn die Kristallisationstemperatur in der Mutterlauge ca. 10 bis 15 K unterhalb der Schmelztemperatur des Reinprodukts liegt.
- 20 Zur Gewährleistung eines stabilen Betriebs einer Waschkolonne, d.h. zur Gewährleistung einer definierten Raum-Zeit-Ausbeute bei konstant guter Reinigungswirkung, ist eine kontinuierliche Kompensation äußerer Störgrößen erforderlich. Derartige Störgrößen können beispielsweise Schwankungen der Suspensionsmenge, Änderungen des Kristallgehalts in der Suspension, Variation der Kristallgrößenverteilung oder auch Konzentrationsschwankungen in dem, dem Kristallisator zugeführten Produktgemisch aus dem Syntheseprozess sein.
- 25
- 30 Die Kompensation derartiger äußerer Störungen erfolgt üblicherweise:
- durch Regelung der Schmelzwärme;
 - durch Adaption der spezifischen Waschflüssigkeitsmenge
 - 35 mittels Regelung der Lage der Waschfront;
 - sowie bei hydraulischen und gravitativen Waschkolonnen zusätzlich durch Regelung der Lage der Aufbaufront.
- Zusätzlich kann zur Kontrolle die Reinheit der Reinproduktschmelzen in einer Produktabzugsleitung oder in einer Leitung des Schmelzkreislaufs beispielsweise ein Extinktionssensor angeordnet sein, der die Extinktion in einem für das gewünschte Produkt charakteristischen Spektralbereich bestimmt. Ist der Extinktionssensor in einer Leitung des Schmelzkreislaufs angeordnet, kann er
- 40
- 45 auch für das Anfahren der Waschkolonne genutzt werden, so daß beim Anfahren der Zeitpunkt bestimmt werden kann, bei dem das

Produktventil erstmals geöffnet wird.

Die Regelung der Schmelzwärme, d.h. der Eintrag der zum Schmelzen der Kristalle im Schmelzkreislauf erforderlichen Wärmemenge wird
5 üblicherweise durch Regelung der Produkttemperatur nach dem Wärmeübertrager sichergestellt. Die Temperatur im Schmelzkreislauf unmittelbar nach dem Wärmeübertrager liegt dabei bevorzugt ca. 1 - 5 K über dem Schmelzpunkt des Reinprodukts. Das Rotormesser oder der Schaber wird üblicherweise mit fest eingestellter
10 Drehzahl betrieben. Geeignete Verfahren zur Regelung der Schmelzwärme sind dem Fachmann bekannt und sind nicht Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

15 Die vorliegende Erfindung betrifft vielmehr die Regelung der Lage der Waschfront und/oder der Lage der der Aufbaufront des Kristallbetts.

Eine konstante Lage der Waschfront im Kristallbett gewährleistet,
20 daß eine ausreichend große Waschflüssigkeitsmenge im Gegenstrom zur Transportrichtung des Kristallbetts strömt, so daß eine bestimmte Reinheit des Endproduktes erzielt werden kann. Als spezifische Waschflüssigkeitsmenge bezeichnet man dabei die innerhalb eines bestimmten Zeitintervalls zur Erzielung einer definierten
25 Trennwirkung aufzuwendende Waschflüssigkeitsmenge, bezogen auf die der Waschkolonne in diesem Zeitintervall zugeführte Kristallmenge. Herkömmlicherweise wird die spezifische Waschflüssigkeitsmenge durch Regelung der Lage der Waschfront unterhalb des Filters in der Kolonne eingestellt. Die Waschfront wird dabei durch
30 Einstellung der Waschflüssigkeitsmenge über das Produktventil auf einer definierten Position zwischen dem Filter und dem Schaber eingeregelt. Damit ist gewährleistet, daß eine gewünschte Trennwirkung, d.h. eine bestimmte Produktreinheit, mit minimalem Aufwand an Waschflüssigkeit erfüllt wird. Zur Detektion der Waschfront können beispielsweise ein oder mehrere im Kristallbett angeordnete Temperatursensoren verwendet werden, da auf Höhe der Waschfront der Temperaturübergang von der Kristallisationstemperatur zur Schmelztemperatur des Reinprodukts erfolgt. Alternativ können auch optische Sensoren, beispielsweise Remissionssonden,
40 zur Detektion der Lage der Waschfront herangezogen werden. Oberhalb der Waschfront besteht die das Kristallbett umgebende Flüssigkeit im wesentlichen aus verunreinigter Mutterlauge und unterhalb der Waschfront dagegen aus Reinproduktschmelze. Je nach Art der beteiligten Substanzen kann es bei diesem Übergang zu meßbaren Änderungen der optischen Eigenschaften, beispielsweise der
45 Remissionseigenschaften kommen. Herkömmlicherweise wird, wie bei der Regelung der Aufbaufront, die Waschfront zwischen zwei axial

beabstandeten Remissionssensoren eingeregelt.

Eine konstante Lage der Aufbaufront gewährleistet zu jedem Zeitpunkt die Einhaltung der äußeren Massenbilanz der Waschkolonne, d.h. es ist in diesem Fall gewährleistet, dass die gleiche Menge aufgeschmolzenes Reinprodukt abgezogen wird bzw. als Verlust mit der Mutterlauge die Waschkolonne verläßt, wie an Kristallen neu in die Waschkolonne gelangt. Die Lage der Aufbaufront in der Waschkolonne wird üblicherweise mit Hilfe von zwei optischen Remissionssensoren bestimmt, die in einem gewissen axialen Abstand voneinander (d.h. gemessen entlang der Längsachse der Waschkolonne) in einer definierter Höhe in der zylindrischen Seitenwand der Waschkolonne angeordnet sind. Die Lage der Aufbau- bzw. Filtrationsfront kann beispielsweise bei hydraulischen Waschkolonnen durch eine Einstellung der hydraulischen Verhältnisse in der Waschkolonne beeinflußt werden. Wenn beispielsweise kontinuierlich Mutterlauge über entsprechende Filter aus der Waschkolonne abgezogen wird, bietet es sich an, einen Teil dieser abgezogenen Mutterlauge zur Beeinflussung des hydrodynamischen Drucks in der Kolonne in diese zurückzupumpen. Eingestellt wird dabei die zurückgeführte Mutterlauge, die mit einer entsprechenden Steuerstrompumpe z.B. durch Drehzahländerung variiert werden kann. Zeigt beispielsweise der obere Remissionssensor einen Anstieg des Kristallbettes in der Waschkolonne an, so sorgt ein Regelkreis für eine Erhöhung der Steuerstrommenge. Entsprechend wird die Steuerstrommenge bei absinkendem Bett reduziert. Die Änderung der Steuerstrommenge wird dabei nach einer definierten Charakteristik durchgeführt, z.B. linear in Abhängigkeit vom Mengenstrom und der Zeit.

Die beiden Remissionssensoren, die üblicherweise zur Regelung der Wasch- oder Aufbaufront herangezogen werden, weisen bei Waschkolonnen mit einem ca. 1 m hohen Kristallbett typischerweise einen axialen Abstand (d.h. gemessen entlang der Längsachse der Waschkolonne) von 5 bis 10 cm auf. Dieser Abstand muß einerseits ausreichend groß gewählt werden, damit die Signaldifferenz zwischen den von den beiden Sensoren gelieferten Signalen groß genug für eine Regelung ist. Andererseits entspricht der Abstand der beiden Remissionssensoren auch die Genauigkeit, mit der die Lage der Aufbaufront geregelt werden kann. Das bekannte Regelungskonzept mit Hilfe von zwei axial beabstandeten optischen Sensoren, weist den Nachteil auf, daß die Lage der Fronten nur sehr ungenau innerhalb eines von zwei Randwerten definierten, relativ breiten Bereichs geregelt werden kann. Dieser Nachteil macht sich insbesondere dann bemerkbar, wenn die an der Aufbaufront oder an der Waschfront auftretenden optischen Änderungen gering sind. Dies

ist beispielsweise beim Anfahren einer Waschkolonne der Fall, wenn sich die Fronten im Laufe der Zeit erst ausbilden, aber beispielsweise auch im laufenden Betrieb, wenn ein bereits relativ reines Ausgangsprodukt durch Schmelzkristallisation weiter
5 gereinigt werden soll. Außerdem ist die bekannte 2-Punkt-Regelung relativ instabil, so daß größere Störungen leicht zu einem Versagen des Regelung führen können.

- 10 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Regelung einer Waschkolonne in einem Schmelzkristallisationsprozeß anzugeben, wobei die Lage der Waschfront und/oder der Aufbau- bzw. Filtrationsfront mit größerer Genauigkeit geregelt werden kann. Außerdem soll eine zuverlässige Regelung auch dann ermöglicht werden, wenn an der Waschfront oder der Aufbaufront nur geringe Änderungen der optischen
15 Eigenschaften des Kristallbettes bzw. der das Kristallbett umgebenden Flüssigkeit auftreten.
- 20 Gelöst wird diese Aufgabe durch Verwendung eines optischen Zeilendetektors zur Regelung der Lage der Waschfront und/oder der Aufbaufront in einer Waschkolonne bei einem Schmelzkristallisationsprozeß. Der Zeilendetektor ist erfindungsgemäß so angeordnet, daß optische Eigenschaften des Kristallbettes in einem parallel
25 zur Längsachse der Waschkolonne verlaufenden Bereich kontinuierlich erfaßt werden können, wobei dieser Bereich die gewünschte Sollposition der Lage der Waschfront bzw. der Lage der Aufbaufront überdeckt. Der Zeilendetektor weist mehr als zwei, vorzugsweise mehr als vier und besonders bevorzugt mehr als 10 Meßelemente (Sensorzellen) auf, so daß der axiale Verlauf der untersuchten optischen Eigenschaften und damit auch die Lage der Aufbau- oder Waschfront wesentlich präziser als mit der bekannten 2-Punkt-Messung bestimmt werden kann.
- 30
- 35 Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach auch ein Verfahren zur Regelung einer Waschkolonne in einem Schmelzkristallisationsprozeß, bei dem man eine Suspension, die in einer Mutterlauge suspendierte Kristalle einer zu reinigenden Substanz enthält, kontinuierlich in eine Waschkolonne leitet, in der
40 Waschkolonne ein Kristallbett der zu reinigenden Substanz ausbildet, wobei das Kristallbett eine Aufbaufront aufweist, an der sich kontinuierlich Kristalle der eingeleiteten Suspension anlagern, an dem der Aufbaufront gegenüberliegenden Ende des Kristallbettes kontinuierlich Kristalle abträgt, die abgetragenen
45 Kristalle aufschmilzt, einen Teil der Schmelze als Reinproduktstrom abführt und einen anderen Schmelze als Waschflüssigkeitsstrom gegen die Transportrichtung der Kristalle durch das Kri-

stallbett leitet, wobei sich im Kristallbett eine Waschfront ausbildet. Das Verfahren ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, daß man die Lage der Aufbaufront und/oder die Lage der Waschfront in der Waschkolonne mittels wenigstens eines optischen Zeilende-
5 tektors regelt.

Als optische Zeilendetektoren kommen unterschiedlichste lineare Sensorarrays mit mehr als zwei Sensorelementen in Frage, welche in der Lage sind, die gewünschten optischen Eigenschaften des
10 Kristallbetts zu bestimmen. Bei einer typischen Kristallbetthöhe zwischen Aufbaufront und Schaber von 0,5 m bei einer mechanische Waschkolonne, von 0,5 bis 1,5 m bei einer hydraulischen Waschkolonne und bis zu 5 m bei einer gravitativen Waschkolonne beträgt der von dem Zeilendetektor zu überwachende Regelbereich typi-
15 scherweise 5 bis 30, bevorzugt 5 bis 10 cm. Die Signale der einzelnen Sensorelemente des Zeilendetektors werden digitalisiert und einer Auswerteeinrichtung, beispielsweise einem Computer, übermittelt. Die Auswerteeinrichtung analysiert die vom Zeilendetektor registrierten Daten. Als Lage der Aufbau- oder Waschfront
20 kann man beispielsweise die Position bestimmen, bei der das gemessene optische Signal die größte Änderung zeigt (also den Wendepunkt des Signalverlaufs). Die Präzision der Regelung ist also nicht mehr von einer minimalen Signaldifferenz zwischen benachbarten Sensoren abhängig und ist daher wesentlich höher als bei
25 der konventionellen 2-Punkt-Regelung.

Neben der höheren Genauigkeit der Regelung der Lage der Wasch- oder Aufbaufront, ist ein besonderer Vorteil der Erfindung darin
30 zu sehen, daß die Nutzung mehrerer Sensorelemente eine stabilere Regelung erlaubt. Je mehr Sensorelemente nämlich den zu überwachenden Bereich abdecken, desto eher kann man mit konventionellen Regelungskonzepten, wie einer PI-Regelung (Proportional-Integral-Regelung) arbeiten. Im Gegensatz zur konventionellen 2-Punkt-Re-
35 gelung lassen sich so auch Driftanteile im Meßsignal kompensieren, die beispielsweise durch Änderung der Lampenintensität oder durch Ablagerungen auf der Sensorfläche oder auf einem Meßfenster in der Kolonnenwand hervorgerufen werden.

40 Zur Regelung der Lage der Waschfront wird die momentane Position der Waschfront vorteilhaft mittels eines optischen Zeilendetektors gemessen und durch entsprechende Steuerung des abgezogenen Reinproduktstroms auf eine Sollposition geregelt.

45 Wenn es sich bei der im erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Waschkolonne um eine hydraulische Waschkolonne handelt, kann man auch die Lage der Aufbaufront mittels eines optischen Zeilende-

tektors bestimmen und durch Steuerung des hydrodynamischen Drucks in der Waschkolonne, beispielsweise durch Rückführung von Mutterlauge mittels einer Steuerstropmpumpe, auf eine Sollposition regeln.

5

Gemäß einer bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendet man als optischen Zeilendetektor wenigstens ein lineares Array von faseroptischen Remissionssonden. Jede dieser faseroptischen Remissionssonden kann beispielsweise eine oder mehrere
10 Sendefasern und eine oder mehrere Empfangsfasern aufweisen. Die Sendefasern sind mit einem Faserende mit einer Lichtquelle verbunden, so daß Anregungslicht in die Fasern eingekoppelt werden kann. Das eingekoppelte Licht kann am anderen Ende der Sendefasern austreten. Die Remissionssonden sind dabei so am zylindri-
15 schen Mantel der Waschkolonne angeordnet, daß das aus den Sendefasern austretende Licht in das Kristallbett fällt und teilweise zur Sonde zurückgestreut wird. In jeder Sonde befinden sich auch Empfangsfasern, die zurückgestreutes Licht auffangen und zu einem
20 Detektorsystem leiten. Anstelle von getrennten Sende- und Empfangsfasern kann man auch eine Faser verwenden, die sowohl als Sende- als auch als Empfangsfaser wirkt. An einem Faserende ist dann jedoch eine Y-förmige Verzweigung zur Lichtquelle bzw. zum
25 Detektor vorgesehen. Die einzelnen linear angeordneten Remissionssonden sind nicht notwendigerweise baulich getrennte Einheiten. Mit dem Begriff Remissionssonde ist vielmehr eine Gruppe von einander zugeordneten Sende- und Empfangsfasern gemeint, die gemeinsam ein Meßelement des linearen Arrays bilden. So kann jede
30 einzelne Remissionssonde ein Meßelement von beispielsweise 1 mm² Fläche bilden. Mit einem linearen Array von 10 derartigen, im Abstand von 1 cm angeordneten Remissionssonden kann die zu regelnde Front mit also einer Genauigkeit von 1 cm stabil geregelt werden kann.

35 Gemäß einer anderen Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendet man als optischen Zeilendetektor wenigstens eine Zeilenkamera, insbesondere eine CCD-Zeilenkamera. In diesem Fall sind in der zylindrischen Wand der Waschkolonne ein oder mehrere längliche Sichtfenster angeordnet, die über eine Abbildungsoptik
40 der Kamera auf den CCD-Zeilenchip abgebildet werden. In diesem Fall wird üblicherweise auch eine Beleuchtungseinrichtung verwendet, die das Sichtfenster und das dahinter liegende Kristallbett ausleuchtet.

45 Je nach optischen Eigenschaften der in der Waschkolonne aufzutrennenden Materialien kann man mit Hilfe geeigneter Filter, die sowohl in der Beleuchtungseinrichtung, als auch im Detektor der

10

Remissionssonde bzw. in der Abbildungsoptik der Zeilenkamera angeordnet sein können, Spektralbereiche selektieren, bei denen besonders große Signaländerungen erwartet werden können. Es ist auch möglich, beispielsweise eine CCD-Farbkamera zu verwenden, 5 bei der jedes Meßelement durch drei CCD-Chips mit unterschiedlicher spektraler Empfindlichkeit repräsentiert wird. Bei der Schmelzkristallisationsreinigung von Acrylsäure wird beispielsweise die Lage der Waschfront bevorzugt durch Messung der Remission in einem Spektralbereich zwischen 300 und 400 nm bestimmt.

10

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch eine Vorrichtung zur Trennung von Kristallen und Mutterlauge in einem Suspensionskristallisationsprozeß, die insbesondere zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeignet ist. Die Vorrichtung umfaßt 15 eine Waschkolonne, die wenigstens eine Zuleitung für eine Kristallsuspension, Filtrationsmittel zum Abführen von Mutterlauge und Mittel zum Abtragen von Kristallen aus einem Kristallbett aufweist, Mittel zum Aufschmelzen der abgetragenen Kristalle, 20 eine Abzugseinrichtung zum Abführen eines Teils der Schmelze als Reinproduktstrom, wenigstens eine Meßeinrichtung zur Bestimmung der Lage einer Aufbaufront und/oder einer Waschfront des Kristallbettes in der Waschkolonne und Mittel zur Regelung der Lage der Aufbaufront und/oder der Lage der Waschfront, wobei die erfindungsgemäße Vorrichtung dadurch gekennzeichnet ist, daß die 25 Meßeinrichtung wenigstens einen optischen Zeilendetektor umfaßt.

Gemäß einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung umfaßt der optische Zeilendetektor ein lineares Array von mehr als 30 zwei, bevorzugt mehr als vier und besonders bevorzugt mehr als 10 faseroptischen Remissionssonden, die in einem Mantel der Waschkolonne angeordnet sind.

Gemäß einer anderen Ausführungsform ist im Mantel der Waschkolonne 35 wenigstens ein transparentes Fenster angeordnet und der optische Zeilendetektor umfaßt wenigstens eine Zeilenkamera, welche auf das transparente Fenster ausgerichtet ist. Besonders bevorzugt ist die Zeilenkamera eine CCD-Zeilenkamera, beispielsweise eine Farb-CCD-Zeilenkamera. Derartige Zeilenkameras sind kommerziell 40 erhältlich und weisen typischerweise 1024 oder 2048 linear angeordnete Pixel auf. Die Fläche eines Pixels liegt typischerweise in der Größenordnung von 50 bis 100 μm^2 .

45 Das erfindungsgemäße Verfahren und die erfindungsgemäße Vorrichtung eignen sich für alle Arten von Waschkolonnen, bei denen im Betrieb eine Waschfront und/oder eine Aufbau- bzw. Filtrationsfront entsteht, also insbesondere für hydraulische, mechanische

11

oder gravitative Waschkolonnen. Bevorzugt wird die Erfindung in Schmelzkristallisationsprozessen angewandt, bei denen eine Schmelze des Reinproduktes als Waschflüssigkeit verwendet wird, jedoch ist das erfindungsgemäße Regelungsprinzip auch dann anwendbar, wenn andere Flüssigkeiten als eine Produktschmelze als Waschflüssigkeit verwendet werden.

Die vorliegende Erfindung wird im folgenden unter Bezugnahme auf in den beigefügten Zeichnungen dargestellte Ausführungsbeispiele ausführlicher erläutert.

In den Zeichnungen zeigt:

- 15 Figur 1 eine schematische Übersichtsdarstellung eines Suspensionskristallisationsprozesses;
- Figur 2 eine erste Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung;
- Figur 3 eine zweite Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung;
- 20 Figur 4 eine Variante der Vorrichtung der Figur 3.

In Figur 1 ist der schematische Aufbau einer an sich bekannten Anlage zur Reinigung von Syntheseprodukten durch Suspensionskristallisation dargestellt. Ein aus einem (nicht dargestellten) Syntheseprozess stammendes flüssiges Produktgemisch wird über eine Leitung 10 einem Kristallisator 11 zugeführt. In dem Kristallisator 11 befindet sich ein Wärmeübertrager 12, der dem Produktgemisch Wärme entzieht. In der Flüssigkeit beginnen Kristalle der gewünschten Verbindung zu wachsen. Die im Kristallisator 11 entstandene Kristallsuspension (Kristalle und Mutterlauge) wird mittels einer in einer Verbindungsleitung 13 angeordneten Pumpe 14 in eine Waschkolonne 15 gefördert, die im dargestellten Beispiel als hydraulische Waschkolonne ausgebildet ist. Die Funktionsweise der Waschkolonne 15 wird unten im Zusammenhang mit der detaillierteren Darstellung der Figur 2 näher erläutert. Im wesentlichen werden die Kristalle der zugeführten Suspension in der Waschkolonne 15 zu einem dichten Kristallbett kompaktiert, das im Fall der dargestellten hydraulischen Waschkolonne als Festbett 16 ausgebildet ist. Am unteren Ende des Festbettes 16 ist ein durch einen Motor 17 angetriebener Schaber 18 angeordnet, der kontinuierlich Kristalle von dem Festbett abträgt. Die Kristalle gelangen in einen Schmelzkreislauf 19, in welchem ein Wärmeübertrager 20 und eine Pumpe 21 angeordnet sind und werden dort aufgeschmolzen. Über ein einstellbares Produktventil 22 wird ein Teil der Schmelze als gewünschtes Reinprodukt durch eine Leitung 23 aus dem Schmelzkreislauf 19 abgezogen. Der andere Teil der Schmelze

wird über einen Leitungsabschnitt 24 des Schmelzkreislaufs 19 in die Waschkolonne 15 zurückgeleitet und kann das Festbett 16 teilweise als Waschflüssigkeit im Gegenstrom zur Transportrichtung der Kristalle durchströmen. Die Strömungsrichtung der Waschflüssigkeit ist in Fig. 1 durch einen Pfeil 25 symbolisiert.

In der Waschkolonne 15 sind ein oder mehrere vertikale Drainagerohre 26 angeordnet, die jeweils auf definierter Höhe mit einem Filter 27 versehen sind. Über den Filter 27 wird im wesentlichen 10 die Mutterlauge, aber gegebenenfalls auch ein Teil der als Waschflüssigkeit vom unteren Bereich der Kolonne zu den Filtern strömenden Schmelze (Pfeil 25) oder sehr kleine Kristallite, welche die Filter passieren können, über eine Leitung 28 aus der Waschkolonne 15 abgezogen. Größere Kristalle können die Filter 27 aber 15 nicht passieren. Ein Teil der über die Leitung 28 die Waschkolonne 15 verlassenden Mutterlauge wird mittels einer Steuerstrompumpe 29 über eine Rückflußleitung 30 in den oberen Bereich der Waschkolonne 15 zurückgeführt. Dadurch ist es möglich, die hydraulischen Bedingungen in der Waschkolonne 15 zu regulieren. Die 20 übrige abgezogene Flüssigkeit fließt über eine Leitung 31 ab.

In Fig. 2 ist der Aufbau einer ersten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Waschkolonne, wie sie in der Anlage der Fig. 1 eingesetzt werden kann, detaillierter dargestellt. Elemente und 25 Bauteile, die bereits im Zusammenhang mit Fig. 1 erläutert wurden, sind mit denselben Bezugsziffern bezeichnet und werden nicht mehr ausführlicher beschrieben. Im dargestellten Beispiel, ebenso wie in den Beispielen der folgenden Figuren 3 und 4, ist die Waschkolonne 15 als hydraulische Waschkolonne ausgebildet. Die 30 aus dem Kristallisator über die Leitung 13 abgezogene Kristallsuspension 32 wird mittels der Pumpe 14 (oder über hydrostatischen Druck) in die Waschkolonne 15 eingespeist. Im oberen Teil der hydraulischen Waschkolonne ist ein Fluidregister 33 angeordnet, das zwei Funktionen erfüllt: Über Durchgangsöffnungen 34 vom 35 oberen zum unteren Kolonnenteil wird die Suspension 32 über den Querschnitt der Waschkolonne 15 verteilt. Der zusammenhängende Innenraum 35 des Fluidregisters dient als Sammler für die abgeführten Flüssigkeiten, insbesondere Mutterlauge und Waschflüssigkeit. Dazu sind am unteren Ende des Fluidregisters 33 die bereits 40 oben erwähnten Drainagerohre 26 angeordnet, die mit dem Innenraum 35 des Fluidregisters 33 kommunizieren. Die Drainagerohre 26 weisen auf definierter Höhe die erwähnten Filter 27 auf, durch welche die Flüssigkeiten aus der Waschkolonne abgeführt werden.

45 Nach dem Anfahren der Waschkolonne 15 bildet sich ein kompaktes Kristallbett 16 aus. Das Kristallbett wird durch die aus dem hy-

13

draulischen Strömungsdruckverlust der Mutterlauge resultierende Kraft vorbei an den Filtern 27 in eine sogenannte Waschzone 36 unterhalb der Filter transportiert. Die Rückführung eines Teils der Mutterlauge zurück in die Kolonne mittels der Steuerpumpe 29 5 ermöglicht die Regelung dieser Transportkraft. Schwankungen des Kristallgehalts der zugeführten Suspension oder Änderungen der Kristallgrößenverteilung, die wesentlich den Strömungsdruckverlust beeinflussen, können dadurch kompensiert werden. Erkennbar sind solche Schwankungen durch Veränderungen der Lage der sogenannten Aufbau- bzw. Filtrationsfront, die in Figur 2 durch die 10 strichpunktierte Linie 37 angedeutet ist. Die Filtrationsfront 37 zeichnet sich durch einen relativ abrupten Anstieg des Kristallgehalts aus.

15 Am unteren Ende der Waschkolonne werden die Kristalle mittels des Schabers 18 vom Kristallbett 16 abgetragen und in Reinproduktschmelze resuspendiert. Diese Suspension 38 wird in dem bereits im Zusammenhang mit Figur 1 beschriebenen Schmelzkreislauf 19 über den Wärmeübertrager 20 geführt, der die zum Schmelzen der 20 Kristalle erforderliche Wärme in die Suspension einträgt. Der entsprechende Wärmeeintrag wird üblicherweise ebenfalls geregelt, wie in Figur 2 durch die Regeleinrichtung 39 schematisch angedeutet ist. Durch einen Temperaturregler der Regeleinrichtung 39 kann beispielsweise gewährleistet werden, daß der Wärmeübertrager 25 20 gerade soviel Energie in den Kreislauf einträgt, daß die Temperatur unmittelbar nach dem Wärmeübertrager 1 bis 5 K über dem Reinproduktschmelzpunkt liegt. Typischerweise werden 60 - 95 Gew.% der Schmelze als gereinigter Reinproduktstrom über das Produktventil 22 aus dem Schmelzkreislauf 19 abgeführt. Die restliche 30 Produktschmelze durchströmt das Kristallbett in der durch den Pfeil 25 angedeuteten Richtung, wodurch eine Gegenstromwäsche der Kristalle erfolgt und verläßt das Kristallbett durch den Filter 27.

35 Im stationären Betrieb stellt sich auf einer definierten Höhe der Waschzone 36 eine sogenannte Waschfront ein, die in Figur 2 durch die strichpunktierte Linie 40 angedeutet ist. Als Waschfront ist derjenige Ort in der Waschkolonne definiert, wo die höchsten Temperatur- und Konzentrationsgradienten auftreten. Auf Höhe der 40 Waschfront findet in der das Kristallbett umgebenden Flüssigkeit ein Konzentrationsübergang von Mutterlaugenkonzentration (oberhalb der Waschfront) zu Reinschmelzekonzentration (unterhalb der Waschfront) statt. Die Temperatur des Festbetts oberhalb der 45 Waschfront entspricht in etwa der Kristallisationstemperatur der Ausgangsflüssigkeit, während die Temperatur des Festbetts unterhalb der Waschfront der (höheren) Schmelztemperatur der Reinsub-

stanz entspricht. Im Bereich der Waschfront 40 kommt es daher zu einem Temperatenausgleich der kalten Kristalle mit der reinen Waschflüssigkeit, bei dem die Waschflüssigkeit teilweise oder vollständig rekristallisiert. Der nicht rekristallisierte Anteil
5 der Waschflüssigkeit geht über die Filter 27 verloren. Die Waschfront 40 muß zur Erzielung einer adäquaten Reinigungswirkung in einer bestimmten Mindesthöhe oberhalb des Schabers 18 positioniert sein. Die Position der Waschfront stellt sich als dynamisches Gleichgewicht aus der mit dem Festbett 16 transportierten
10 Mutterlauge und dem entgegenströmenden Waschflüssigkeitsstrom (Pfeil 25) ein.

Erfindungsgemäß sind zur Regelung der Lage der Aufbau- bzw. Filtrationsfornt 37 und der Lage der Waschfront 40 Zeilendetektoren vorgesehen. So ist bei der in Figur 2 dargestellten Ausführung im Bereich der Aufbaufront 37 ein erstes lineares Array 41
15 von Remissionssonden 42 in der Seitenwand 43 der Waschkolonne 15 angeordnet. Jede der Remissionssonden 42 weist Sendefasern 44 auf, die mit einer Lichtquelle 45 verbunden sind, sowie Empfangsfasern 46,
20 die mit einem Detektor 47 verbunden sind. Über die Sendefasern 44 wird Licht in das Kristallbett 16 eingestrahlt. Die Empfangsfasern 46 leiten das aus dem Kristallbett remittierte Licht zum Detektor 47, wo die Intensität des remittierten Lichtes gemessen und aufgezeichnet wird. Der Detektor 47 kann aber auch
25 eine (nicht dargestellte) Einrichtung zur spektralen Analyse des remittierten Lichtes aufweisen. Eine Regeleinrichtung 48, die beispielsweise einen Computer umfaßt, wertet die vom Detektor 47 gelieferten Signale aus, bestimmt die Lage der Aufbaufront und steuert die Steuerstrompumpe 29 so, daß die Lage der Aufbaufront
30 37 auf einer bestimmten Sollposition gehalten wird. Stellt die Regeleinrichtung in extremen Betriebszuständen fest, daß eine Kompensation der Störungen über die Steuerpumpe nicht mehr möglich ist, so kann - je nach Regelungsstrategie - eine neue Sollposition der Aufbaufront 37 ermittelt werden, die unter den gegebenen Betriebsbedingungen eingeregelt werden kann. Dies ist möglich,
35 weil durch die erfindungsgemäß vorgesehene Verwendung eines Zeilendetektors ein größerer Abschnitt der Kolonne lückenlos überwacht werden kann. Falls bei einer Betriebsstörung die Gefahr droht, dass die Aufbaufront diesen überwachten Abschnitt verlässt
40 und eine Regelung nicht mehr möglich ist, kann auch ein Alarm ausgelöst oder die Anlage abgeschaltet werden.

Auf Höhe der Waschfront 40 ist ein entsprechendes zweites lineares Array 49 aus Remissionssonden 50 in der zylindrischen Kolonnenwand 43 angeordnet. Wieder wird über mit einer Lichtquelle 51
45 verbundenen Sendefasern 52 Licht in das Kristallbett 16 einges-

15

trahlt und über Empfangsfasern 53 das aus dem Kristallbett remittierte Licht zu einem Detektor 54 geleitet. Aus den vom zweiten Remissionssondenarray 49 gelieferten Daten wird mittels einer Steuer- und Regeleinrichtung 55 die Lage der Waschfront 40 in der
5 Kolonne 15 ermittelt und das Produktventil 22 so eingestellt, daß die Waschfront mit großer Genauigkeit auf einer bestimmten Sollposition gehalten wird. Stellt die Regeleinrichtung eine Abweichung der Waschfront 40 von der Sollhöhe fest, so wird über das Produktventil 22 der abgezogene Reinproduktstrom und damit auch
10 die Waschflüssigkeitsmenge entsprechend geregelt (beispielsweise bei einem Absinken der Waschfront durch eine Erhöhung der Waschflüssigkeitsmenge).

15 Zur Einhaltung und Kontrolle der Produktreinheit kann man die Qualität des Reinprodukts aber auch kontinuierlich messen. Die Messung kann beispielsweise mittels eines optischen Extinktionsensors 56, der in einem geeigneten Spektralbereich arbeitet, direkt in der Produktleitung 23 oder einem Bypass erfolgen. Wenn
20 die Qualitätsmessung (wie in Figur 2 dargestellt) in dem Schmelzkreislauf 19 erfolgt, kann sie auch für das Anfahren der Waschkolonne genutzt werden.

Zusätzlich zur Regelung der Lage der Waschfront 40 mittels des
25 Zeilendetektors 49 kann eine an sich bekannte Regelung über Temperatursensoren 57 realisiert werden. In besonderen Fällen, in bei denen eine rein optische Bestimmung der Lage der Waschfront nicht zuverlässig möglich ist, kann dann auf die Daten der Temperatursensoren zurückgegriffen werden. Es ist natürlich auch mög-
30 lich, nur die Lage der Aufbaufront über den optischen Zeilendetektor 42 zu bestimmen und die Lage der Aufbaufront konventionell ausschließlich über die Temperatursensoren 57 zu ermitteln.

In Fig. 3 ist eine zweite Ausführungsform der erfindungsgemäßen
35 Vorrichtung dargestellt, bei der als optischer Zeilendetektor jeweils eine Zeilenkamera 58 zur Detektion der Filtrationsfront 37 und eine Zeilenkamera 59 zur Detektion der Waschfront 40 verwendet werden. Der grundsätzliche Aufbau der Waschkolonne der Figur 3 entspricht weitgehend dem der in Figur 2 dargestellten Waschkolonne. Die übereinstimmenden Bauteile sind mit denselben Bezugs-
40 ziffern versehen und werden im folgenden nicht oder nur kurz erläutert. In der zylindrischen Seitenwand der Waschkolonne 15 sind auf Höhe der Waschfront bzw. der Filtrationsfront längliche Sichtfenster 60, 61 angeordnet, die von den Zeilenkameras 58, 59
45 abgebildet werden. Die Fenster 60, 61 können durch Beleuchtungseinrichtungen 62, 63 ausgeleuchtet werden. Auswerteeinrichtungen 64, 65 ermitteln aus den Daten der Zeilenkamera die Lage der

16

Waschfront 40 und die Lage der Aufbaufront 37 und steuern die Steuerstropmpumpe 29 bzw. das Produktventil 22 so, daß die Lage der Fronten auf den jeweiligen Sollpositionen gehalten wird.

- 5 Fig. 4 zeigt eine Variante der Ausführungsform der Fig. 3, bei der lediglich eine einzige CCD-Zeilenkamera 66 zur Detektion von Wasch- und Filtrationsfront verwendet wird. Dazu erstreckt das in der Wand 43 der Waschkolonne 15 vorgesehene Sichtfenster 67 über den größten Teil der Höhe der Waschkolonne. Wird mit einer solchen Vorrichtung beispielsweise ein axialer Abschnitt einer Länge
10 von 2 m erfaßt und benutzt die CCD-Kamera einen Sensor mit 2048 linear angeordneten Pixeln, so ist noch eine Regelung der Lage der Waschfront bzw. der Lage der Aufbaufront mit einer Genauigkeit von ca. 1 bis 2 cm möglich. Über eine oder mehrere Licht-
15 quellen 68, 69 wird das Fenster 67 ausgeleuchtet. Eine Steuer- und Regelungseinrichtung 70 bestimmt aus den aufgezeichneten Daten die Lage der Waschfront bzw. der Aufbaufront und stellt die Steuerpumpe bzw. das Produktventil entsprechend ein.
- 20 Wenn in der vorliegenden Beschreibung von Zeilendetektoren die Rede ist; so hängt dies damit zusammen, dass für das erfindungsgemäße Regelungsverfahren lediglich eine quasi eindimensionale Messung entlang der Achse der Waschkolonne erforderlich ist.
- 25 Selbstverständlich können ohne Nachteile auch Flächendetektoren, beispielsweise herkömmliche Digitalkameras mit zweidimensionalen CCD-Chips zur Realisierung des erfindungsgemäßen Verfahrens herangezogen werden. Die Ermittlung des zu analysierenden Bildbereichs, also beispielsweise der Bereich des Sichtfensters der Ko-
30 lonne 15, kann durch kommerzielle Bildverarbeitungssoftware erfolgen.

35

40

45

Patentansprüche

- 5 1. Verwendung eines optischen Zeilendetektors zur Regelung einer Waschkolonne in einem Schmelzkristallisationsprozeß
2. Verfahren zur Regelung einer Waschkolonne in einem Schmelzkristallisationsprozeß, bei dem man
- 10 eine Suspension, die in einer Mutterlauge suspendierte Kristalle einer zu reinigenden Substanz enthält, kontinuierlich in eine Waschkolonne leitet,
- in der Waschkolonne ein Kristallbett der zu reinigenden Substanz ausbildet, wobei das Kristallbett eine Aufbaufont aufweist, an der sich kontinuierlich Kristalle der
- 15 eingeleiteten Suspension anlagern,
- an dem der Aufbaufont gegenüberliegenden Ende des Kristallbetts kontinuierlich Kristalle abträgt, die abgetragenen Kristalle aufschmilzt, einen Teil der Schmelze als
- 20 Reinproduktstrom abführt und einen anderen Teil der Schmelze als Waschflüssigkeitsstrom gegen die Transportrichtung der Kristalle durch das Kristallbett leitet, wobei sich im Kristallbett eine Waschfront ausbildet,
- dadurch gekennzeichnet, daß
- 25 man die Lage der Aufbaufont und/oder der Waschfront in der Waschkolonne mittels wenigstens eines optischen Zeilendetektors regelt.
3. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man
- 30 die Lage der Waschfront mittels eines optischen Zeilendetektors misst und durch Steuerung des abgezogenen Reinproduktstroms auf eine Sollposition regelt.
4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 oder 3, wobei man eine
- 35 hydraulische Waschkolonne verwendet, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lage der Aufbaufont mittels eines optischen Zeilendetektors misst und durch Steuerung des hydrodynamischen Drucks (ist weder Mess noch Regelgröße) (bzw. Steuerung der oberhalb der Aufbaufont zugeführten Flüssigkeitsmenge) in
- 40 der Waschkolonne auf eine Sollposition regelt.
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Zeilendetektor wenigstens ein lineares
- 45 Array von faseroptischen Remissionssonden verwendet.

6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Zeilendetektor wenigstens eine Zeilenkamera, insbesondere eine CCD-Zeilenkamera, verwendet.

- 5 7. Vorrichtung zur Trennung von Kristallen und Mutterlauge in einem Suspensionskristallisationsprozeß, insbesondere zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 6, mit

- 10 einer Waschkolonne (15), die wenigstens eine Zuleitung (13) für eine Kristallsuspension, Filtrationsmittel (26,27) zum Abführen von Mutterlauge und Mittel (18) zum Abtragen von Kristallen aus einem Kristallbett aufweist, Mitteln (20) zum Aufschmelzen der abgetragenen Kristalle,
- 15 einer Abzugseinrichtung (22,23) zum Abführen eines Teils der Schmelze als Reinproduktstrom, wenigstens einer Meßeinrichtung zur Bestimmung der Lage einer Aufbaufront (37) und/oder einer Waschfront (40) des Kristallbetts in der Waschkolonne,
- 20 Mitteln zur Regelung der Lage der Aufbaufront und/oder der Lage der Waschfront, dadurch gekennzeichnet, daß die Meßeinrichtung wenigstens einen optischen Zeilendetektor umfaßt.

- 25 8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Zeilendetektor ein lineares Array (41,49) von faseroptischen Remissionssonden (42,50) umfaßt, die in einem Mantel (43) der Waschkolonne (15) angeordnet sind.

- 30 9. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß in einem Mantel (43) der Waschkolonne (15) wenigstens ein transparentes Fenster (60,61,67) angeordnet ist, und daß der optische Zeilendetektor wenigstens eine Zeilenkamera (58,59,66),
- 35 insbesondere eine CCD-Zeilenkamera, umfaßt.

10. Vorrichtung gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der optische Zeilendetektor eine Farb-CCD-Zeilenkamera umfaßt.

1/2

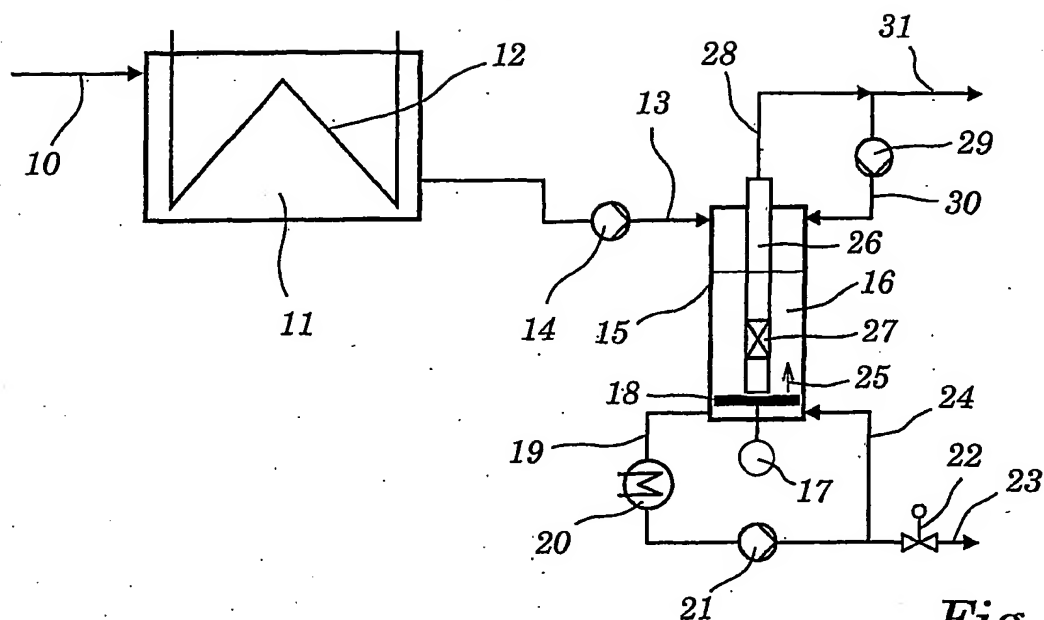


Fig. 1

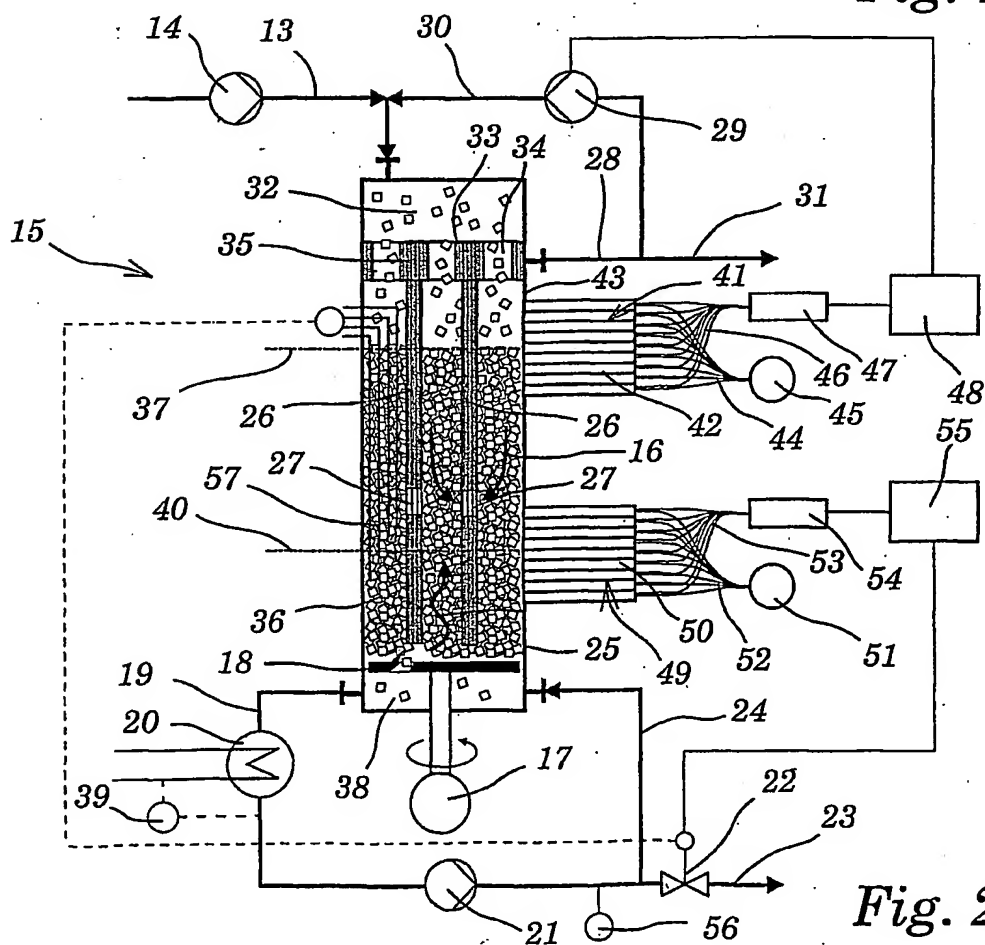


Fig. 2

2/2

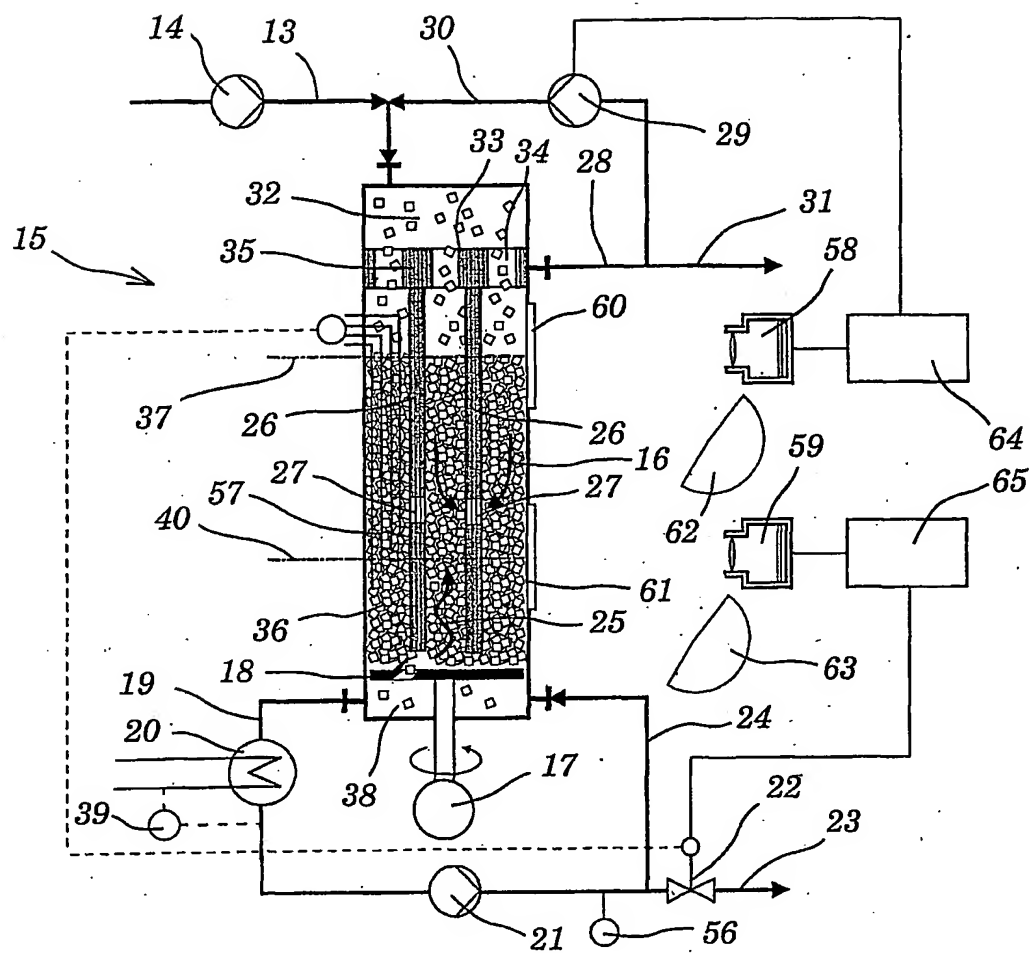


Fig. 3

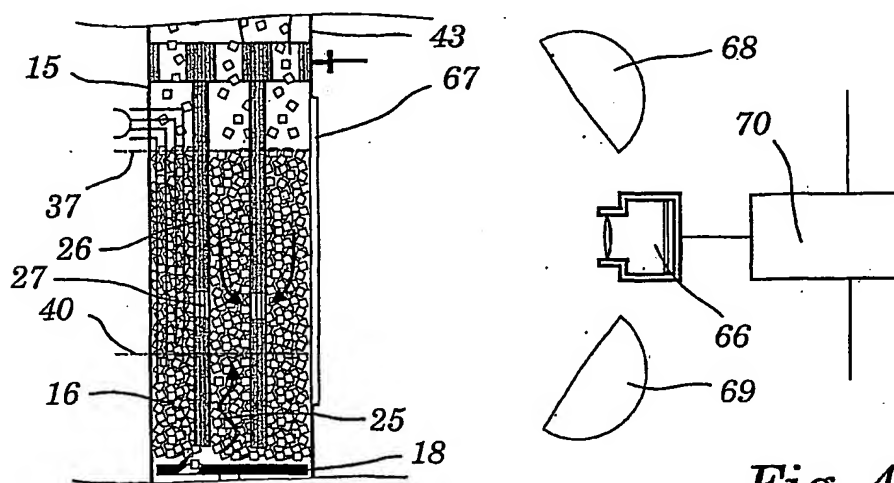


Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Patent Application No.

PCT/EP 01/08712

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01D9/00 G01N21/51

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B01D C30B G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 98 27240 A (TNO ;VERDOES DIRK (NL); VISSCHER HENDRIK (NL)) 25 June 1998 (1998-06-25) abstract page 1, line 25 - line 37 page 3, line 16 - line 30 page 4, line 15 -page 5, line 33 claims; figure 1	1,2,6,7, 9
Y	DE 197 41 307 A (DEUTSCH ZENTR LUFT & RAUMFAHRT) 1 April 1999 (1999-04-01) abstract column 2, line 32 - line 57 claims; figure 1	1,2,6,7, 9



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

Z document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 November 2001

Date of mailing of the international search report

04/12/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hilt, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/08712

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB 2 023 564 A (DOUWE EGBERTS TABAKSFAB) 3 January 1980 (1980-01-03) abstract page 4, line 10 - line 32 page 5, line 16 - line 38 -----	2,7
A	US 5 569 808 A (HOTIER GERARD ET AL) 29 October 1996 (1996-10-29) the whole document -----	5,8
A	US 4 914 310 A (JAROFSKI DIETER) 3 April 1990 (1990-04-03) the whole document -----	5,8
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 010, no. 052 (P-432), 28 February 1986 (1986-02-28) & JP 60 195437 A (NIPPON HOSO KYOKAI), 3 October 1985 (1985-10-03) abstract -----	1,2,7
A	EP 0 491 558 A (FUJITSU LTD) 24 June 1992 (1992-06-24) the whole document -----	1,2,7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/08712

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9827240	A	25-06-1998	NL 1004824 C2 AT 202803 T AU 5345898 A DE 69705544 D1 DK 954616 T3 EP 0954616 A1 ES 2159888 T3 WO 9827240 A1 US 6224648 B1	19-06-1998 15-07-2001 15-07-1998 09-08-2001 22-10-2001 10-11-1999 16-10-2001 25-06-1998 01-05-2001
DE 19741307	A	01-04-1999	DE 19741307 A1	01-04-1999
GB 2023564	A	03-01-1980	AU 518789 B2 AU 4811479 A BR 7903889 A CA 1144056 A1 CH 643150 A5 DE 2923854 A1 FR 2433966 A1 IT 1162744 B JP 1239802 C JP 55008895 A JP 59013882 B NL 7904919 A ,B, SE 449448 B SE 7905314 A US 4332599 A US 4475355 A US 4491462 A ZA 7902809 A	22-10-1981 03-01-1980 20-02-1980 05-04-1983 30-05-1984 10-01-1980 21-03-1980 01-04-1987 13-11-1984 22-01-1980 02-04-1984 28-12-1979 04-05-1987 24-12-1979 01-06-1982 09-10-1984 01-01-1985 25-06-1980
US 5569808	A	29-10-1996	FR 2699917 A1	01-07-1994
US 4914310	A	03-04-1990	SE 465337 B AU 3001089 A DE 3905101 A1 JP 1316633 A SE 8800599 A	26-08-1991 24-08-1989 14-09-1989 21-12-1989 23-08-1989
JP 60195437	A	03-10-1985	JP 1722781 C JP 4010578 B	24-12-1992 25-02-1992
EP 0491558	A	24-06-1992	JP 2914758 B2 JP 4216441 A CA 2057558 A1 DE 69119568 D1 DE 69119568 T2 EP 0491558 A2 US 5214288 A	05-07-1999 06-08-1992 19-06-1992 20-06-1996 19-09-1996 24-06-1992 25-05-1993

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

In nationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/08712

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 B01D9/00 G01N21/51

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 B01D C30B G01N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	WO 98 27240 A (TNO ;VERDOES DIRK (NL); VISSCHER HENDRIK (NL)) 25. Juni 1998 (1998-06-25) Zusammenfassung Seite 1, Zeile 25 - Zeile 37 Seite 3, Zeile 16 - Zeile 30 Seite 4, Zeile 15 -Seite 5, Zeile 33 Ansprüche; Abbildung 1	1,2,6,7, 9
Y	DE 197 41 307 A (DEUTSCH ZENTR LUFT & RAUMFAHRT) 1. April 1999 (1999-04-01) Zusammenfassung Spalte 2, Zeile 32 - Zeile 57 Ansprüche; Abbildung 1 --- -/-	1,2,6,7, 9

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

G Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

27. November 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

04/12/2001

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

Hilt, D

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/08712

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	GB 2 023 564 A (DOUWE EGBERTS TABAKSFAB) 3. Januar 1980 (1980-01-03) Zusammenfassung Seite 4, Zeile 10 - Zeile 32 Seite 5, Zeile 16 - Zeile 38 ---	2,7
A	US 5 569 808 A (HOTIER GERARD ET AL) 29. Oktober 1996 (1996-10-29) das ganze Dokument ---	5,8
A	US 4 914 310 A (JAROFSKI DIETER) 3. April 1990 (1990-04-03) das ganze Dokument ---	5,8
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 010, no. 052 (P-432), 28. Februar 1986 (1986-02-28) & JP 60 195437 A (NIPPON HOSO KYOKAI), 3. Oktober 1985 (1985-10-03) Zusammenfassung ---	1,2,7
A	EP 0 491 558 A (FUJITSU LTD.) 24. Juni 1992 (1992-06-24) das ganze Dokument -----	1,2,7

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Akkennzeichen

PCT/EP 01/08712

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9827240 A	25-06-1998	NL 1004824 C2 AT 202803 T AU 5345898 A DE 69705544 D1 DK 954616 T3 EP 0954616 A1 ES 2159888 T3 WO 9827240 A1 US 6224648 B1	19-06-1998 15-07-2001 15-07-1998 09-08-2001 22-10-2001 10-11-1999 16-10-2001 25-06-1998 01-05-2001
DE 19741307 A	01-04-1999	DE 19741307 A1	01-04-1999
GB 2023564 A	03-01-1980	AU 518789 B2 AU 4811479 A BR 7903889 A CA 1144056 A1 CH 643150 A5 DE 2923854 A1 FR 2433966 A1 IT 1162744 B JP 1239802 C JP 55008895 A JP 59013882 B NL 7904919 A ,B, SE 449448 B SE 7905314 A US 4332599 A US 4475355 A US 4491462 A ZA 7902809 A	22-10-1981 03-01-1980 20-02-1980 05-04-1983 30-05-1984 10-01-1980 21-03-1980 01-04-1987 13-11-1984 22-01-1980 02-04-1984 28-12-1979 04-05-1987 24-12-1979 01-06-1982 09-10-1984 01-01-1985 25-06-1980
US 5569808 A	29-10-1996	FR 2699917 A1	01-07-1994
US 4914310 A	03-04-1990	SE 465337 B AU 3001089 A DE 3905101 A1 JP 1316633 A SE 8800599 A	26-08-1991 24-08-1989 14-09-1989 21-12-1989 23-08-1989
JP 60195437 A	03-10-1985	JP 1722781 C JP 4010578 B	24-12-1992 25-02-1992
EP 0491558 A	24-06-1992	JP 2914758 B2 JP 4216441 A CA 2057558 A1 DE 69119568 D1 DE 69119568 T2 EP 0491558 A2 US 5214288 A	05-07-1999 06-08-1992 19-06-1992 20-06-1996 19-09-1996 24-06-1992 25-05-1993